

中华人民共和国国家标准

GB23200.95—2016

代替SN 0691—1997

**食品安全国家标准
蜂产品中氟胺氰菊酯残留量的检测方法**

National food safety standards—

Determination of tau-fluvalinate residue in bees' products

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中华人民共和国农业部
国家食品药品监督管理总局

发布

公司

杭州科

前 言

本标准代替SN 0691-1997《出口蜂产品中氟胺氰菊酯残留量检验方法》。

本标准与SN 0691-1997相比，主要变化如下：

—标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；

—标准名称“出口蜂产品”改为“蜂产品”；

—标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—SN 0691-1997。

食品安全国家标准

蜂产品中氟胺氰菊酯残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了出口蜂产品中氟胺氰菊酯残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。本标准适用于出口蜂蜜中氟胺氰菊酯残留量的检验，其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样碱化后用正己烷-丙酮提取，提取液经蒸干后用乙腈和正己烷进行液液分配法净化，使被测物进入乙腈层。乙腈提取液再经蒸干，用正己烷溶解残渣，溶液供气相色谱法测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 丙酮（ C_3H_6O ）：重蒸馏。

4.1.2 氢氧化钠（ $NaOH$ ）水溶液：2 mol/L。

4.1.3 正己烷（ C_6H_{14} ）：重蒸馏。

4.1.4 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）：经 650 °C 灼烧 4 h，贮于密封容器中备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 正己烷：用乙腈饱和过。

4.2.2 乙腈：用正己烷饱和过。

4.3 标准品

氟胺氰菊酯标准品：纯度 $\geq 97\%$ 。

4.4 标准溶液配制

准确称取适量的氟胺氰菊酯标准品，用正己烷配成浓度为 20 $\mu g/mL$ 的标准储备液，再根据需要用正己烷配成适当浓度的标准工作液。保存于 4 °C 冰箱内。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪，配有电子俘获检测器。

5.2 分析天平：感量 0.01g 和 0.0001g。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 振荡器。

6 试样制备和保存

6.1 试样制备

将取回样品充分搅匀，均分成两份，装入试样瓶中作为试样，密封，标明标记。如取回样品中有结晶析出，则将样品瓶密盖后，置于不超过 40 °C 的水浴中温热。待结晶全部融化后，启盖，充分搅匀，均分成两份，密封，并标明标记。

如属杯装蜂蜜，将取回的全部杯蜜，倒在一起，充分搅匀，分取出约 1 kg 代表样品。再将 1 kg 代装性样品经搅匀后，均分成两份，装入试样瓶中作为试样。密封，标明标记。

注：以上样品取样部位按 GB 2763 附录 A 执行。

6.2 试样保存

将试样于室温下保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 提取

称取约20 g试样（精确至0.1 g），与一125 mL具塞锥形瓶中，加入20 mL氢氧化钠溶液（2 mol/L），振荡使试样溶解。倒入一100 mL分液漏斗中，加入20 mL正己烷和10 mL丙酮，振荡5 min，静置分层。将正己烷层过滤于200 mL的梨形瓶中，于残夜中再加入20 mL正己烷和10 mL丙酮，振荡5 min，与上述同样操作一次。合并正己烷层与上述梨形瓶中，于40 °C以下旋转蒸发至刚干。

7.2 净化

用30 mL乙腈饱和正己烷及30 mL正己烷饱和乙腈淋洗梨形瓶，并溶解残渣。将溶液移入100 mL分液漏斗中，激烈振荡5 min，静置分层。分取乙腈层于200 mL分液漏斗中。在正己烷中再加入2×30 mL用正己烷饱和过的乙腈，重复上述操作。合并乙腈层于上述分液漏斗中。于分液漏斗中加入50 mL用乙腈饱和过的正己烷，激烈振荡5 min，静置分层。分取乙腈层于一200 mL的梨形瓶中，在40 °C以下旋转蒸发至刚干。残渣用5.0 mL正己烷溶解，溶液供气相色谱法测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

- 色谱柱：石英毛细管柱，SE-54，25 m×0.53 mm（内径），1.0 μm（膜厚），或相当者；
- 载气：氮气（纯度≥99.99%），5.7 mL/min；
- 辅助气：氮气，60 mL/min；
- 柱温：220 °C；
- 进样口温度：250 °C；
- 检测器温度：300 °C；
- 进样量：1 μL 220 °C；
- 进样方式：不分流，0.75 min后开阀。

7.3.2 色谱测定

根据样液中被测氟胺氰菊酯含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中氟胺氰菊酯响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定，在上述色谱条件下，氟胺氰菊酯保留时间约为6.6 min，标准品色谱图见附录A中图A1。

7.4 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（1）计算试样中氟胺氰菊酯残留含量：

$$\dots\dots\dots (1)$$

式中： X ——试样中氟胺氰菊酯残留含量；

h ——样液中氟胺氰菊酯的峰高，mm；

h_s ——标准工作溶液中氟胺氰菊酯的峰高，mm；

c ——标准工作溶液中氟胺氰菊酯的浓度，μg/mL；

V ——样液最终定容体积，mL；

m ——最终样液所代表的试样量，g。

注：计算结果需扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录B的要求。

9.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录C的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法的定量限为0.02 mg/kg。

10.2 回收率

蜂蜜中氟胺氰菊酯的添加浓度及其回收率的实验数据：

在0.02 mg/kg时，回收率93.1%；

在0.10 mg/kg时，回收率98.3%；

在1.0 mg/kg时，回收率90.8%。

附录A
(提示的附录)

标准品色谱图

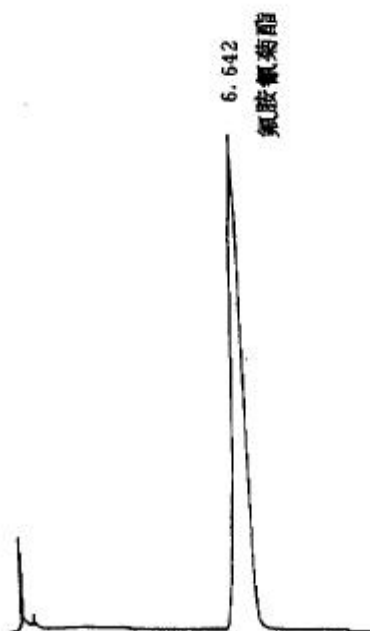


图 A1 氟胺氰菊酯标准品的气相色谱图

附录B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表B.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤0.001	36
>0.001≤0.01	32
>0.01≤0.1	22
>0.1≤1	18
>1	14

附录C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表C.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19